

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Patent Application of	)	
Philippe LAMOINE et al.	)	<b>MAIL STOP - Patent Application</b>
Application No.: [ Not Assigned ]	)	
International PCT/EP02/08417	)	
Filed: January 26, 2004	)	
For: EXTRUDED RUBBER PROFILE,	)	
METHOD FOR OBTAINING SAME	)	
AND TIRE INCORPORATING SAME	)	

**SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

FRANCE Patent Application No. 01/10215

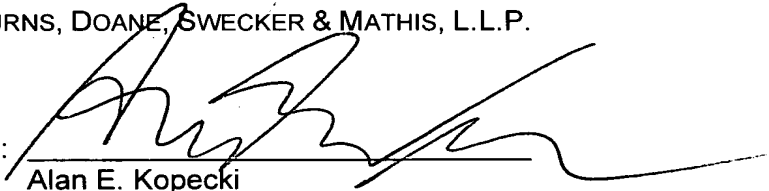
Filed: July 30, 2001

In support of this claim, enclosed is a certified copy of said prior foreign application and which is identified in the original Oath/Declaration. Acknowledgment of receipt of the certified document is requested.

Respectfully submitted,

BURNS, DOANE, SWECKER & MATHIS, L.L.P.

Date: January 26, 2004

By:   
Alan E. Kopecki  
Registration No. 25,813

P.O. Box 1404  
Alexandria, Virginia 22313-1404  
(703) 836-6620

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 19 JUIN 2002

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (1) 42 93 59 30  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 W / 260899

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>30 JUL. 2001</b> LIEU <b>99</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0110215</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>30 JUL. 2001</b>		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b> Manufacture Française des Pneumatiques MICHELIN Michel BOLINCHES SGD/LG/PI - F35 - LADOUX 63040 CLERMONT-FERRAND CEDEX 09	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) P10-1374/MB			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N° _____ Date ____/____/____ N° _____ Date ____/____/____	
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<input type="checkbox"/> N° _____ Date ____/____/____	
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Profilé extrudé pour bande de roulement de pneumatique constitué d'une composition de caoutchouc réticulable.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input checked="" type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		Société de Technologie MICHELIN	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		4 . 1 . 4 . 6 . 2 . 4 . 3 . 7 . 9	
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	23 rue Breschet	
	Code postal et ville	63000	CLERMONT-FERRAND
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE <b>30 JUIL. 2001</b> LIEU <b>99</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0110215</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		RÉGISTRÉ À L'INPI	
<b>Vos références pour ce dossier :</b> <i>(facultatif)</i>		P10-1374/MB	
<b>6 MANDATAIRE</b>			
Nom			
Prénom			
Cabinet ou Société		Manufacture Française des Pneumatiques MICHELIN	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		PG 7107 et 7112	
Adresse	Rue	23, place des Carmes Déchaux	
	Code postal et ville	63040	CLERMONT-FERRAND CEDEX 09
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		04 73 10 71 71	
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		04 73 10 86 96	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
<b>7 INVENTEUR (S)</b>			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance		<b>Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		<b>Uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence)</i>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		1	
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> <b>(Nom et qualité du signataire)</b> Pour MFPM - Mandataire 422-5/S.020 Michel BOLINCHES - Salarié MFPM		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b> 	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

**cerfa**  
N° 11354\*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Page suite N° 1b. / 2..

REMISE DES PIÈCES DATE <b>30 JUL 2001</b> LIEU <b>99</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0110215</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire	
<b>V s références pour ce dossier (facultatif)</b>		P10-1374/MB	
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____	
<b>5 DEMANDEUR</b>			
Nom ou dénomination sociale		MICHELIN Recherche et Technique S.A.	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		0 0 0 0 0 0 0 0	
Code APE-NAF		0 0 0	
Adresse	Rue	Route Louis Braille 10 et 12	
	Code postal et ville	1763	GRANGES-PACCOT
Pays		SUISSE	
Nationalité		Suisse	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<b>5 DEMANDEUR</b>			
Nom ou dénomination sociale			
Prénoms			
Forme juridique			
N° SIREN		0 0 0 0 0 0 0 0	
Code APE-NAF		0 0 0	
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Pays			
Nationalité			
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b> Pour MFPM - Mandataire 422-S/S.020 Michel BOLINCHES - Salarié MFPM		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b> <b>L. GUICHET</b>	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI

La présente invention concerne un profilé extrudé constitué d'une composition de caoutchouc réticulable, un procédé d'obtention de ce profilé, une bande de roulement pour pneumatique à base dudit profilé extrudé et réticulé, et un pneumatique comportant cette bande de roulement.

5 L'invention s'applique notamment au bon fonctionnement des appareils électroniques qui sont embarqués sur un véhicule équipé de tels pneumatiques, en particulier sur un véhicule de type tourisme. Ainsi, l'invention s'applique par exemple à la qualité de la réception d'ondes radio à partir d'un appareil radio prévu à l'intérieur d'un tel véhicule, et/ou à la fiabilité d'un dispositif électronique prévu à l'intérieur d'un véhicule ou d'un pneumatique équipant ce  
10 véhicule.

On sait que les pneumatiques d'un véhicule se chargent et se déchargent par effet triboélectrique en roulage, et que la charge et la décharge correspondantes interfèrent parfois via des perturbations électromagnétiques, dans des conditions météorologiques particulières,  
15 avec l'électronique embarquée sur le véhicule, par exemple avec un appareil radio qui est embarqué dans le véhicule, et plus particulièrement lorsque ledit appareil est utilisé en modulation d'amplitude.

Il se produit notamment, lors du passage d'un premier tronçon de roulage à un second tronçon de roulage qui lui succède et qui présente des caractéristiques physiques différant de  
20 celles dudit premier tronçon, par exemple une conductivité électrique et/ou une structure et/ou un relief différents, une décharge brutale par la bande de roulement de chaque pneumatique de la charge accumulée sur ledit premier tronçon.

De tels tronçons successifs de roulage peuvent par exemple être respectivement constitués d'un matériau électriquement isolant, tel que de l'asphalte, et d'un matériau  
25 électriquement conducteur, tel que celui utilisé pour des joints métalliques d'un pont, pour des plaques d'égout ou pour des rails de chemins de fer.

On sait également que ces décharges brutales et les perturbations électromagnétiques pouvant en résulter sont d'autant plus marquées que le matériau constituant la bande de  
30 roulement est notamment plus électriquement isolant, lors du passage en roulage d'un même premier tronçon à un même second tronçon.



Or, il se trouve que nombre de pneumatiques actuels sont caractérisés par une teneur élevée en charge renforçante non électriquement conductrice, telle que la silice, avec comme effet avantageux recherché de réduire les pertes hystérétiques en roulage et, par conséquent, la résistance au roulement des pneumatiques, en sorte que la consommation de carburant du véhicule correspondant est également réduite.

Un inconvénient de ces pneumatiques réside dans la résistivité relativement élevée du matériau de la bande de roulement, ce qui a parfois pour effet de générer lesdites perturbations électromagnétiques, sous certaines conditions météorologiques.

Le document de brevet japonais JP-A-10 237223 divulgue une composition de bande de roulement pour pneumatique présentant une résistivité électrique réduite qui comprend essentiellement un élastomère diénique, de la silice et un sel d'un métal alcalin ou alcalino-terreux, tel que le perchlorate de lithium, ce sel étant solvaté par un composé à base d'un diester, tel qu'un diester d'acide adipique.

Le document de brevet américain US-A-6 075 092 divulgue une composition de caoutchouc présentant des propriétés hystérétiques et de mise en œuvre améliorées, ainsi que des propriétés anti-statiques. Cette composition comprend de la silice et un polyéther constitué d'un terpolymère d'oxyde d'éthylène, d'oxyde de propylène et d'un époxyde insaturé, tel que l'épichlorhydrine.

Le document de brevet européen EP-A-925 903 divulgue un pneumatique pour véhicule automobile notamment destiné à permettre l'évacuation de la charge électrostatique de la carrosserie du véhicule vers le sol de roulage.

A cet effet, la bande de roulement de ce pneumatique comporte, sur toute sa circonférence et débouchant sur sa face radialement externe, une bande radiale présentant une conductivité électrique élevée qui est à base d'une composition de caoutchouc renforcée avec du noir de carbone, le reste de la bande de roulement étant à base d'une autre composition de caoutchouc de conductivité électrique réduite.

Cette bande de roulement est obtenue, à l'état non vulcanisé, en extrudant parallèlement ces deux compositions de caoutchouc dans deux extrudeuses séparées, en mettant en contact les deux compositions issues de ces extrudeuses à l'extrémité aval d'une tête d'extrusion qui est commune à ces deux extrudeuses, pour obtenir en sortie de ladite tête un extrudat comportant ladite bande radiale au sein de la bande de roulement.



On notera que la bande de roulement ainsi obtenue permet uniquement d'évacuer la charge électrostatique de la carrosserie du véhicule vers le sol de roulage, et non de réduire les interférences radio lors du roulage sur une plaque métallique, par exemple.

Le document de brevet international WO-A-00/27655 au nom de la demanderesse divulgue un pneumatique permettant de minimiser, lors du passage d'un premier tronçon à un second tronçon de roulage présentant des caractéristiques physiques différentes, la puissance des décharges électrostatiques de la bande de roulement.

Le pneumatique décrit dans ce document est tel que sa bande de roulement comporte sur sa circonférence au moins une couche électriquement conductrice reliant sensiblement les faces latérales de ladite bande de roulement entre elles, ladite couche présentant une conductivité supérieure à celle du reste de la bande de roulement.

Un but de la présente invention est de proposer un profilé extrudé à base d'une composition de caoutchouc réticulable, ledit profilé étant destiné à constituer à l'état réticulé une bande de roulement pour pneumatique et étant délimité en largeur par deux faces latérales reliant entre elles des faces radialement interne et externe pour ladite bande de roulement, des moyens conducteurs étant prévus dans ledit profilé pour relier électriquement ladite face interne à ladite face externe entre lesdites faces latérales et sur la longueur dudit profilé, le reste dudit profilé étant à base d'une matière électriquement isolante,

qui permette de minimiser encore la puissance des décharges électrostatiques de ladite bande de roulement lors du roulage sur lesdits tronçons successifs, et donc les perturbations électrostatiques précitées.

A cet effet, un profilé extrudé selon l'invention est tel que lesdits moyens conducteurs présentent, sur une section transversale dudit profilé, une structure stratifiée comportant des couches électriquement conductrices qui sont sensiblement concentriques et qui présentent une courbure en direction de l'une au moins desdites faces interne et externe; l'une au moins desdites couches affleurant à la surface de ladite face externe.

Cette structure stratifiée de bande de roulement, lorsqu'elle est utilisée pour un train de pneumatiques équipant un véhicule avec récepteur radio embarqué, permet notamment de réduire d'une manière significative les interférences radio qui peuvent être perçues en modulation d'amplitude, lors d'un roulage sur des éléments de route électriquement conducteurs, sous certaines conditions météorologiques.

Selon un exemple de réalisation de l'invention, lesdites couches électriquement conductrices décrivent, sur une section transversale dudit profilé, une pluralité de révolutions sensiblement autour de l'axe longitudinal de symétrie dudit profilé.

Selon un mode de réalisation de l'invention, lesdites couches électriquement conductrices sont globalement enroulées en spirale autour dudit axe longitudinal.

Selon une autre caractéristique de ce mode de réalisation, lesdites couches électriquement conductrices présentent, sur la longueur dudit profilé, une forme de filetage comportant une pluralité de filets hélicoïdaux qui sont centrés sur ledit axe de symétrie.

Plus précisément, ce filetage comporte, sur la longueur dudit profilé, une succession de tronçons identiques  $T_i$  ( $i = 1$  à  $n$ ) qui sont chacun constitués d'une pluralité de filets coniques  $F_j$  ( $j = 1$  à  $m$ ) s'inscrivant sur des troncs de cône sensiblement parallèles entre eux qui sont centrés sur ledit axe de symétrie.

Par filet conique, on entend de manière connue un filet hélicoïdal s'inscrivant sur un tronc de cône, c'est-à-dire s'enroulant en spirale conique sur la surface extérieure d'un cône tronqué.

De plus, chaque filet conique  $F_j$  de chacun desdits tronçons  $T_i$  s'inscrit sur un tronc de cône qui converge vers l'intérieur du tronc de cône sur lequel s'inscrit le même filet conique  $F_j$  d'un tronçon immédiatement consécutif  $T_{i+1}$ .

Avantageusement, sur une section transversale dudit profilé, lesdites couches peuvent présenter sensiblement une forme d'arc d'ellipse aplatie dont le grand axe correspond à la direction transversale dudit profilé.



De préférence, lesdites couches électriquement conductrices décrivent, sur une section transversale dudit profilé, un nombre de révolutions sensiblement compris entre 30 et 70 et, à titre encore plus préférentiel, compris entre 40 et 60. Chacune de ces couches conductrices présente alors une épaisseur sensiblement comprise entre 0,05 et 0,15 mm.

5 Selon un exemple de réalisation de l'invention, l'une au moins desdites couches électriquement conductrices affleure à la surface de l'une ou de chaque face latérale dudit profilé.

On notera que ces affleurements à la surface des faces latérales, tout comme ceux précités à la surface de la face externe du profilé, peuvent permettre avantageusement de  
10 former des contrastes ou des nuances de couleur sur la bande de roulement de pneumatique constituée de ce profilé, par exemple dans le cas où l'on utilise une composition de caoutchouc colorée pour ladite matière isolante.

Selon un mode préférentiel de réalisation de l'invention, lesdits moyens conducteurs  
15 comportent en outre un film conducteur à l'emplacement de l'une ou de chaque face latérale dudit profilé.

Ce où ces films conducteurs permettent de minimiser encore la puissance des décharges électrostatiques précitées et, par conséquent, les interférences radio en résultant.

20 Selon un premier exemple de réalisation de l'invention, lesdites couches électriquement conductrices sont constituées d'une composition de caoutchouc à base d'au moins un élastomère diéniq, qui comprend du noir de carbone à titre de charge renforçante et présente une résistivité électrique inférieure à  $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ , par exemple comprise entre  $10^4$  et  $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ , la résistivité de ladite matière isolante étant nécessairement supérieure à  $10^8$  ou  $10^9$   
25  $\Omega \cdot \text{cm}$ . Le taux de noir de carbone dans cette composition est fixé en fonction de la résistivité recherchée.

A titre de noir de carbone, conviennent tous les noirs de carbone conventionnellement utilisés dans les pneumatiques et particulièrement dans les bandes de roulement des pneumatiques, notamment les noirs du type HAF, ISAF, SAF. A titre d'exemples non  
30 limitatifs de tels noirs, on peut citer les noirs N115, N134, N234, N339, N347, N375.

Selon un second exemple de réalisation de l'invention, lesdites couches électriquement conductrices sont constituées d'une composition de caoutchouc à base d'au moins un élastomère diénique, ladite composition comprenant une charge inorganique renforçante et une solution ionique conductrice qui comprend :

- un polyéther qui est un copolymère d'oxyéthylène et d'oxypropylène comprenant des unités oxyéthylène à titre majoritaire,
- un sel ionique d'un métal monovalent ou divalent, tel que le perchlorate de lithium ou le dichlorure de zinc, et
- un solvant polaire, tel que le carbonate de polypropylène glycol.

On notera que ces couches conductrices comprennent dans ce cas une solution électrolyte, qui leur confère des propriétés de conduction ionique (en raison du mouvement des charges ioniques), contrairement à des compositions de caoutchouc chargées au noir de carbone qui sont caractérisées par une conduction électronique (en raison du mouvement des électrons). La résistivité électrique de ces couches conductrices peut varier de  $10^6$  à  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ .

A titre d'élastomère diénique, on peut utiliser tout homopolymère ou copolymère obtenu par polymérisation d'un monomère diène conjugué ayant de 4 à 12 atomes de carbone ou de plusieurs de ces monomères diènes conjugués entre eux, ou bien d'un ou plusieurs de ces monomères diènes conjugués avec un ou plusieurs composés vinylaromatiques ayant chacun de 8 à 20 atomes de carbone.

A titre de monomères diènes conjugués conviennent notamment le butadiène-1,3, le 2-méthyl-1,3-butadiène, les 2,3-di(alkyle en C1 à C5)-1,3-butadiènes tels que le 2,3-diméthyl-1,3-butadiène, le 2,3-diéthyl-1,3-butadiène, le 2-méthyl-3-éthyl-1,3-butadiène, le 2-méthyl-3-isopropyl-1,3-butadiène, un aryl-1,3-butadiène, le 1,3-pentadiène, le 2,4-hexadiène.

A titre de composés vinylaromatiques conviennent par exemple le styrène, l'ortho-, méta-, para-méthylstyrène, le mélange commercial "vinyltoluène", le para-tertiobutylstyrène, le divinylbenzène. On notera que le styrène est utilisé à titre préférentiel.

De préférence, on utilise le butadiène-1,3 et/ou l'isoprène comme diène(s) conjugué(s) et le styrène à titre de monomère vinylaromatique, pour l'obtention de copolymères butadiène/isoprène, styrène/ butadiène, styrène/ isoprène, ou butadiène/ styrène/ isoprène.



Le polyéther utilisable selon l'invention a une viscosité inhérente élevée qui, mesurée à 25° C dans le toluène, est supérieure à 4 dl/g et, de préférence, est comprise entre 4 et 8 dl/g.

A titre encore plus préférentiel, ce polyéther comprend des unités oxyéthylène selon une fraction molaire allant de 85 à 95 %, et des unités oxypropylène selon une fraction molaire allant de 5 à 15 %.

Ce polyéther peut être utilisé dans ladite composition de caoutchouc des couches conductrices selon une quantité allant de 20 à 50 pce (pce : parties en poids pour cent parties d'élastomère(s)).

A titre de sel ionique d'un métal monovalent, on peut par exemple utiliser un sel de lithium, de sodium, de potassium, de césium ou d'argent.

A titre de sel ionique d'un métal divalent, on peut par exemple utiliser un sel de magnésium, de calcium, de cuivre ou de zinc.

Les anions suivants sont par exemple utilisables avec les cations des métaux précités :  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{CF}_3\text{SO}_3^-$ .

Ce sel ionique peut être utilisé dans ladite composition de caoutchouc selon une quantité allant de 5 à 30 pce selon le sel utilisé et, de préférence, allant de 10 à 20 pce.

Quant audit solvant polaire, on peut par exemple l'utiliser selon une quantité allant de 5 à 15 pce.

On entend par « charge inorganique », de manière connue, une charge inorganique ou minérale, quelles que soient sa couleur et son origine (naturelle ou de synthèse), encore appelée charge blanche ou parfois charge claire par opposition au noir de carbone.

Egalement de manière connue, on entend par « charge inorganique renforçante » une charge inorganique capable de renforcer à elle seule, sans autre moyen qu'un agent de couplage intermédiaire, une composition de caoutchouc destinée à la fabrication de pneumatiques, en d'autres termes capable de remplacer, dans sa fonction de renforcement, une charge conventionnelle de noir de carbone de grade pneumatique.

A titre de charge inorganique renforçante, on peut par exemple utiliser toute silice renforçante connue de l'homme du métier, notamment toute silice précipitée présentant une

surface BET ainsi qu'une surface spécifique CTAB toutes deux inférieures à 450 m<sup>2</sup>/g, même si les silices précipitées hautement dispersibles sont préférées (la surface spécifique BET étant déterminée de manière connue, selon la méthode de Brunauer-Emmett-Teller décrite dans "The Journal of the American Chemical Society" Vol. 60, page 309, février 1938 et  
5 correspondant à la norme AFNOR-NFT-45007 (novembre 1987), et la surface spécifique CTAB étant la surface externe déterminée selon la même norme AFNOR-NFT-45007 de novembre 1987).

A titre encore plus préférentiel, la silice utilisée présente des surfaces spécifiques BET ou CTAB qui vont toutes deux de 80 m<sup>2</sup>/g à 260 m<sup>2</sup>/g.

10 Par silice hautement dispersible, on entend toute silice ayant une aptitude très importante à la désagglomération et à la dispersion dans une matrice élastomère, observable de manière connue par microscopie électronique ou optique, sur coupes fines.

Comme exemples non limitatifs de telles silices hautement dispersibles préférentielles,  
15 on peut citer la silice Perkasil KS 430 de la société Akzo, la silice BV 3380 de la société Degussa, les silices Zeosil 1165 MP et 1115 MP de la société Rhodia, la silice Hi-Sil 2000 de la société PPG, les silices Zeopol 8741 ou 8745 de la Société Huber, des silices précipitées traitées telles que par exemple les silices "dopées" à l'aluminium décrites dans la demande EP-A-0 735 088.

20 Bien entendu, on entend également par charge inorganique renforçante des mélanges de différentes charges inorganiques renforçantes, en particulier de silices hautement dispersibles telles que décrites ci-dessus.

On peut également utiliser, à titre non limitatif, des alumines (de formule Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), telles que les alumines à dispersibilité élevée qui sont décrites dans le document de brevet européen  
25 EP-A-810 258, ou encore des hydroxydes d'aluminium, tels que ceux décrits dans le document de brevet international WO-A-99/28376.

Le procédé selon l'invention pour l'obtention du profilé extrudé précité consiste :

- à introduire, d'une part, ladite matière électriquement isolante de bande de roulement dans une entrée d'une extrudeuse principale débouchant d'une manière coaxiale sur une tête d'extrusion et, d'autre part, ladite matière électriquement conductrice destinée à constituer  
5 lesdits moyens conducteurs de structure stratifiée dans une entrée d'au moins une extrudeuse satellite débouchant radialement en amont de ladite tête d'extrusion à l'intérieur de ladite extrudeuse principale,

- à acheminer ladite matière isolante et ladite matière conductrice à l'intérieur desdites extrudeuses,

10 - à réaliser, à l'intérieur de ladite extrudeuse principale et en amont de ladite tête d'extrusion, un mélange uniformément réparti de ladite matière isolante et de ladite matière conductrice, la fraction massique de ladite matière isolante étant égale ou supérieure à 80 % et celle de ladite matière conductrice étant inférieure ou égale à 20 % dans ledit mélange, et

- à faire passer ledit mélange dans un canal de ladite tête pour obtenir, en sortie d'un  
15 orifice d'extrusion de cette tête, le profilé extrudé et réticulable de bande de roulement.

On notera que le diamètre de l'orifice permettant de faire communiquer l'extrudeuse satellite avec l'extrudeuse principale, ainsi que les débits respectifs d'alimentation de ces extrudeuses en matière isolante et en matière conductrice, déterminent le degré  
20 d'homogénéisation du mélange obtenu et la géométrie de la structure stratifiée formée dans le profilé extrudé.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la température à l'intérieur de chaque extrudeuse est comprise entre 70 et 90° C.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la pression absolue à l'intérieur de ladite  
25 tête d'extrusion est comprise entre 20 et 30 bars.

On notera que ce procédé selon l'invention peut être mis en œuvre en positionnant ladite extrudeuse satellite à une distance variable en amont de la tête d'extrusion, en fonction des caractéristiques dimensionnelles qui sont recherchées pour la structure stratifiée des  
30 moyens conducteurs à former dans le profilé extrudé (par exemple le nombre de spires de la spirale obtenue et/ou leur épaisseur).



Pour ce faire, on peut prévoir une pluralité d'orifices le long de l'extrudeuse principale pour faire communiquer l'extrudeuse satellite avec celle-ci, les orifices non utilisés à cet effet étant bien entendu obturés.

On notera également que ce procédé selon l'invention n'est pas limité à la réalisation, à l'intérieur de ladite extrudeuse principale et en amont de ladite tête d'extrusion, d'un mélange uniformément réparti constitué de ladite matière isolante et d'une seule matière conductrice. On pourrait par exemple mélanger ladite matière isolante et plusieurs matières conductrices, au moyen d'une pluralité d'extrudeuses satellites respectivement destinées à extruder ces matières conductrices et débouchant chacune radialement à l'intérieur de l'extrudeuse principale, toujours en amont de la tête d'extrusion.

On notera par ailleurs qu'il est possible de procéder à un refendage du profilé extrudé obtenu selon l'invention (i.e. une division du profilé dans le sens de sa longueur), par exemple si l'on souhaite voir apparaître des motifs colorés particuliers à l'emplacement des faces latérales de la bande de roulement.

Une bande de roulement réticulable ou réticulée pour pneumatique selon l'invention est telle qu'elle est constituée du profilé extrudé défini ci-dessus, et un pneumatique selon un mode de réalisation de l'invention est tel qu'il comporte cette bande de roulement à l'état réticulé.

Un second aspect de l'invention est de proposer une bande de roulement réticulable ou réticulée pour pneumatique, délimitée latéralement par deux faces latérales reliant des faces radialement interne et externe entre elles, ladite bande de roulement étant à base d'une matière électriquement isolante et comportant sur sa circonférence au moins une couche axiale conductrice qui relie sensiblement lesdites faces latérales entre elles et qui présente une résistivité inférieure à celle de ladite matière isolante, laquelle est radialement prévue des deux côtés de ladite couche dans ladite bande de roulement,

qui permette également de minimiser la puissance des décharges électrostatiques de la bande de roulement lors du roulage sur les tronçons successifs précités, et donc les perturbations électrostatiques en résultant.



Cette bande de roulement selon ce second aspect de l'invention est telle que cette couche axiale conductrice est constituée d'une composition de caoutchouc telle que celle décrite ci-dessus en référence au premier exemple de réalisation des couches électriquement conductrices formant la structure stratifiée selon l'invention. Cette composition est donc à base d'un élastomère diénique et elle comprend une charge inorganique renforçante et une solution ionique conductrice comprenant un polyéther (copolymère d'oxyéthylène et d'oxypropylène comprenant des unités oxyéthylène à titre majoritaire), un sel ionique d'un métal monovalent ou divalent, tel que le perchlorate de lithium ou le dichlorure de zinc, et un solvant polaire, tel que le carbonate de polypropylène glycol, selon les quantités précédemment préconisées.

On se référera à ce qui précède (quantités en pce incluses) pour une description détaillée du ou des élastomère(s) diénique(s), de la charge inorganique renforçante et de la solution ionique conductrice qui sont utilisables pour l'obtention de cette couche axiale conductrice.

Cette bande de roulement, lorsqu'elle est utilisée pour un train de pneumatiques équipant un véhicule avec récepteur radio embarqué, permet notamment de réduire d'une manière significative les interférences radio qui peuvent être perçues en modulation d'amplitude, lors d'un roulage sur des éléments de route électriquement conducteurs, sous certaines conditions météorologiques.

Avantageusement, la bande de roulement selon ce second aspect de l'invention comporte en outre un film conducteur à l'emplacement de l'une ou de chaque face latérale, qui relie électriquement lesdites faces interne et externe entre elles.

Ce ou ces films conducteurs permettent de minimiser encore la puissance des décharges électrostatiques précitées et, par conséquent, les interférences radio en résultant.

Les caractéristiques précitées de la présente invention, ainsi que d'autres, seront mieux comprises à la lecture de la description suivante d'un exemple de réalisation de l'invention, donné à titre illustratif et non limitatif, ladite description étant réalisée en relation avec les dessins joints, parmi lesquels:

la Fig. 1a est une vue schématique en section radiale d'une bande de roulement selon un mode de réalisation de l'invention,

la Fig. 1b est une vue schématique perspective d'une partie d'un profilé extrudé selon un exemple de réalisation de l'invention, utilisable dans la bande de roulement de la Fig. 1a,

la Fig. 1c est une vue latérale de détail de ladite partie du profilé extrudé de la Fig. 1b,

la Fig. 2 est une vue schématique en perspective d'un dispositif d'extrusion pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention,

la Fig. 3 est une vue schématique en coupe selon le plan III-III de la Fig. 2 dudit dispositif d'extrusion,

la Fig. 4 est une vue schématique en section radiale d'une bande de roulement selon un autre mode de réalisation de l'invention,

la Fig. 5 est une vue schématique en section radiale d'une bande de roulement selon une variante de réalisation de la Fig. 4,

la Fig. 6 est un graphique illustrant les résistivités respectives d'une composition de caoutchouc isolante et d'autres compositions de caoutchouc plus ou moins conductrices,

la Fig. 7 est un graphique illustrant la décharge électrostatique de compositions de caoutchouc incluant lesdites compositions pour bande de roulement de la Fig. 6, et

la Fig. 8 est un graphique illustrant le temps nécessaire pour la décharge électrostatique des compositions de caoutchouc de la Fig. 7.

La bande de roulement 1 représentée à la Fig. 1a présente une section radiale sensiblement trapézoïdale uniquement à des fins de simplification. On comprendra qu'elle pourrait présenter toute forme jugée appropriée, sculptures comprises, pour le type de pneumatique choisi.

Cette bande de roulement 1 est délimitée par une face radialement interne 2, destinée à se trouver en regard des différentes armatures d'un pneumatique (non représentées), par une face radialement externe 3 sur laquelle sont formées des sculptures 3a et qui est destinée à évoluer au contact du sol en roulage, et par deux faces latérales 4 et 5 reliant lesdites faces 2 et 3 entre elles.

La bande de roulement 1 est à base d'une matière électriquement isolante, par exemple comprenant une charge renforçante non conductrice, telle que de la silice.



Comme on peut le voir à la Fig. 1a, la bande de roulement 1 comporte, sur une section transversale, des couches électriquement conductrices 6 qui décrivent une pluralité de révolutions sensiblement autour de l'axe longitudinal de symétrie  $X'X$  de ladite bande de roulement 1.

5 Dans l'exemple de la Fig. 1a, ces couches conductrices 6 sont globalement enroulées en spirale autour dudit axe  $X'X$ , et elles présentent une section transversale en forme d'arc d'ellipse aplatie dont le grand axe correspond à la direction transversale de la bande de roulement 1.

Les Figs. 1b et 1c illustrent schématiquement la forme de filetage de ces couches électriquement conductrices 6, dans la direction longitudinale de la bande de roulement 1.

On voit sur ces Figs. que ce filetage comporte une succession de tronçons identiques  $T_i$  ( $i = 1$  à  $n$ ) qui sont chacun constitués d'un même nombre  $m$  de filets coniques  $F_j$  ( $j = 1$  à  $m$ ) s'inscrivant sur des troncs de cône sensiblement parallèles entre eux qui sont centrés sur ledit axe  $X'X$  (trois tronçons consécutifs  $T_{i-1}$ ,  $T_i$  et  $T_{i+1}$  sont identifiés en accolades pointillées sur la Fig. 1c).

Comme cela est visible à la Fig. 1c, chaque filet conique  $F_j$  de chaque tronçon  $T_i$  s'inscrit sur un tronc de cône qui converge vers l'intérieur du tronc de cône sur lequel s'inscrit le même filet conique  $F_j$  (i.e. correspondant à une même spire de rang  $j$ ) d'un tronçon immédiatement consécutif  $T_{i+1}$ .

20 Cet « emboîtement » de filets coniques  $F_j$  est également visible à la Fig. 1b, s'agissant en particulier du filet conique le plus extérieur  $F_m$  de chaque tronçon  $T_j$ , qui s'inscrit sur un tronc de cône convergeant vers l'intérieur du tronc de cône sur lequel s'inscrit le plus extérieur  $F_m$  du tronçon adjacent  $T_{i+1}$ .

25 On notera que les Figs. 1a, 1b et 1c ne sauraient en aucune manière limiter la portée de l'invention au nombre de spires, de tronçons et de filets hélicoïdaux présents dans les couches conductrices 6. C'est uniquement à des fins de simplification et de clarté que l'on a choisi de représenter sur ces Figs. un nombre relativement réduit de telles spires, tronçons et filets.

Le dispositif d'extrusion 7 représenté à la Fig. 2 est destiné à produire des profilés extrudés qui sont destinés à constituer, à l'état réticulé, des bandes de roulement 1 comportant chacune les couches conductrices 6 de structure stratifiée.

Ce dispositif 7 est constitué d'une extrudeuse principale 8 qui est destinée à recevoir par une entrée 9, ladite matière isolante de la bande de roulement 1 et qui comporte une sortie 10 débouchant d'une manière coaxiale sur une tête d'extrusion 11, et d'une extrudeuse satellite 12 qui est destinée à recevoir par une entrée 13 une matière destinée à constituer lesdites couches conductrices 6 et qui comporte une sortie 14 débouchant radialement à l'intérieur de l'extrudeuse principale 8, en amont de la tête d'extrusion 11.

Les structures respectives des extrudeuses 8, 12 et de la tête d'extrusion 11 sont représentées à la Fig. 3.

Chaque extrudeuse 8, 12 est constituée d'un fourreau cylindrique 15, 16 à l'intérieur duquel tourne une vis d'Archimède 17, 18.

La tête d'extrusion 11 comprend une voûte supérieure 19 et une voûte inférieure 20 délimitant, à partir de l'entrée 21 de ladite tête 11, un canal d'écoulement 22 qui débouche sur un orifice d'extrusion 23 d'une lame d'extrusion (non visible), par lequel les profilés extrudés sont refoulés. Cet orifice d'extrusion 23 est délimité par des parois 19a et 20a qui sont respectivement portées par les voûtes 19 et 20.

Dans l'exemple de réalisation de la Fig. 3, la tête d'extrusion 11 est de type « nez à rouleau », étant caractérisée en ce que la paroi 19a de la lame d'extrusion est fixe alors que l'autre paroi 20a est mobile et constituée par la face extérieure d'un rouleau (non représenté).

On comprendra que la présente invention n'est pas limitée à l'utilisation d'une telle tête d'extrusion 11, une tête d'extrusion de type « nez plat » pouvant également être utilisée, dans laquelle les deux parois 19a et 20a de l'orifice d'extrusion 23 sont fixes.

On va décrire ci-après un mode particulier de fonctionnement du dispositif d'extrusion 7, pour l'obtention de profilés de bande de roulement 1 selon un exemple de réalisation de l'invention.



Le dispositif d'extrusion 7 utilisé présente les caractéristiques dimensionnelles suivantes.

Le diamètre intérieur du fourreau 15 de l'extrudeuse principale 8 est de 60 mm, et la vis d'Archimède 17 qu'il contient comporte trois filets. Le diamètre intérieur du fourreau 16 de l'extrudeuse satellite 12 est de 15 mm, la vis d'Archimède 18 qu'il contient comportant un seul filet.

Cette extrudeuse satellite 12 est positionnée de telle manière que son axe d'extrusion Y'Y soit situé à 30 mm en amont de l'entrée 21 de la tête d'extrusion 11.

La tête d'extrusion 11, de type « nez à rouleau », présente une largeur de 200 mm.

On introduit en continu dans les entrées 9 et 13 des extrudeuses 8 et 12 ladite matière isolante et ladite matière conductrice, respectivement, selon des débits d'alimentation de 600 g / minute pour l'extrudeuse principale 8 et de 30 g / minute pour l'extrudeuse satellite 12.

Dans cet exemple de réalisation, la matière isolante « MI » utilisée présente une résistivité comprise entre  $10^{14}$  et  $10^{15}$   $\Omega$ .cm (voir Fig. 6), et elle est constituée d'une composition de caoutchouc réticulable telle que celle constituant les bandes de roulement des pneumatiques de dénomination « MXT », c'est-à-dire comprenant essentiellement :

- à titre de matrice élastomère, un coupage d'un copolymère de styrène et de butadiène préparé en solution (S-SBR) et d'un polybutadiène (BR),
- à titre de charge renforçante, 80 pce (parties en poids pour 100 parties d'élastomères) d'une silice hautement dispersible commercialisée par la société RHODIA sous la dénomination « ZEOSIL 1165 MP », et
- 30 pce d'une huile aromatique ajoutée.

Quant à ladite matière conductrice, elle présente une résistivité électrique inférieure à  $10^8$   $\Omega$ .cm, plus précisément voisine de  $10^5$   $\Omega$ .cm, et elle est ici constituée d'une composition de caoutchouc réticulable comprenant essentiellement (sans huile aromatique ajoutée) :

- à titre de matrice élastomère, un coupage S-SBR / BR, et
- à titre de charge renforçante, 60 pce d'un noir de carbone « N234 ».

Les compositions de caoutchouc constituant respectivement les matières isolante et conductrice ont été préparées selon les procédés connus de travail thermo-mécanique de leurs constituants en une ou plusieurs étapes. On peut par exemple les obtenir par un travail thermo-mécanique en une étape dans un mélangeur interne qui dure de 3 à 7 minutes, avec une vitesse de rotation des palettes de 50 tours par minute, ou en deux étapes dans un mélangeur interne qui durent respectivement de 3 à 5 minutes et de 2 à 4 minutes, suivies d'une étape de finition effectuée à environ 80° C, pendant laquelle sont incorporés le soufre et les accélérateurs de vulcanisation.

Les températures utilisées dans les extrudeuses 8, 12 sont comprises entre 70 et 90° C.

La pression absolue à l'intérieur de la tête d'extrusion 11 est de 24 bars.

Les matières isolantes et conductrices sont chacune acheminées par les vis 17 et 18 vers les sorties respectives 10 et 14 des extrudeuses 8 et 12, puis elles sont mélangées l'une à l'autre et homogénéisées par la vis 17 à l'intérieur du tronçon de l'extrudeuse principale 8 qui est compris entre l'axe Y'Y et la sortie 10 de ladite extrudeuse 8.

Après un passage sous la pression précitée du mélange ainsi obtenu dans le canal 22 de la tête d'extrusion 11, on obtient en sortie de l'orifice d'extrusion 23 un profilé extrudé et réticulable de bande de roulement 1, qui présente les caractéristiques suivantes.

Ce profilé comporte les couches conductrices 6 telles que décrites ci-dessus en référence aux Figs. 1a, 1b et 1c, qui forment environ 50 spires autour dudit axe X'X, sur une section transversale dudit profilé. L'épaisseur moyenne des couches conductrices 6 ainsi obtenues est sensiblement égale à un dixième de millimètre.

On notera que la fraction massique de la matière isolante dans le profilé obtenu est d'environ 90 %, celle de la matière conductrice étant d'environ 10 %.

On procède ensuite aux étapes classiques de confection et de cuisson par réticulation au soufre des pneumatiques selon l'invention, dont chaque bande de roulement est constituée dudit profilé à l'état vulcanisé. Les pneumatiques selon l'invention ainsi obtenus sont de dimensions 175/70 R14 et de dénomination « MXT ».

On notera que ces couches conductrices 6 se retrouvent sous la forme précitée dans la bande de roulement réticulée.



Des essais comparatifs d'interférences radio en roulage ont été réalisés avec :

\* Un train n°1 de pneumatiques témoin « 175/70 R14 MXT » comportant chacun une bande de roulement exclusivement constituée de ladite matière isolante « MI » de résistivité comprise entre  $10^{14}$  et  $10^{15}$   $\Omega$ .cm, c'est-à-dire à base d'un coupage S-SBR/ BR avec 30 pce d'huile aromatique ajoutée et 80 pce de silice « ZEOSIL 1165 MP ».

\* Un train n°2 de pneumatiques témoin de dimensions 175/70 R14 comportant chacun une bande de roulement 101 à base de la même matière isolante « MI » et une couche axiale conductrice 110 d'environ 0,5 mm d'épaisseur reliant entre elles les faces latérales 104 et 105 de la bande de roulement.

Cette bande de roulement témoin 101 est représentée à la Fig. 4 jointe et elle est décrite en détail dans le document de brevet international WO-A-00/27655 (voir les pages 5 et 6 de ce document en relation avec la Fig. 1). Les références numériques de la Fig. 1 de ce document ont été reprises en étant augmentées de 100 dans la Fig. 4 ci-jointe.

Par ailleurs, la couche axiale conductrice 110 est constituée de ladite matière conductrice de résistivité électrique voisine de  $10^5$   $\Omega$ .cm, à base d'un coupage S-SBR/ BR (sans huile aromatique ajoutée) et de 60 pce de noir de carbone « N234 ».

\* Un train n°3 de pneumatiques témoin de dimensions 175/70 R14 comportant chacun une bande de roulement 101 se différenciant uniquement de celle dudit train n°2 témoin, en ce qu'elle comporte en outre des films conducteurs 114 qui sont respectivement prévus aux emplacements des faces latérales 104 et 105 de la bande de roulement 101, et qui se prolongent respectivement sur la face externe 103 de ladite bande de roulement 101 par deux bandes périphériques circonférentielles 115, également conductrices. Ces films 114 et ces bandes 115 sont constitués de la même matière conductrice que celle de la couche 110.

Cette bande de roulement témoin 101 est représentée à la Fig. 5 jointe et elle est décrite en détail dans le document de brevet international WO-A-00/27655 (voir la page 7 de ce document en relation avec la Fig. 2).



\* Un train n°4 de pneumatiques selon l'invention de dimensions 175/70 R14 comportant chacun une bande de roulement 101 se différenciant uniquement de celle dudit train n°2 témoin, en ce que la couche axiale conductrice 110 est constituée d'un mélange de ladite matière isolante « MI » et d'une solution ionique conductrice comprenant du perchlorate de lithium ( $\text{LiClO}_4$ ) à titre de sel ionique, du carbonate de polypropylène glycol (CPG) à titre de solvant polaire et un polyéther de viscosité inhérente élevée (comprise entre 4 et 8 dl/g) commercialisé sous la dénomination « ZNS 8100 » par la société Nippon Zéon.

Plus précisément, ce polyéther comprend des unités oxyéthylène selon une fraction molaire de 90 %, et des unités oxypropylène selon une fraction molaire de 10 %, et il présente les caractéristiques suivantes :

Température de transition vitreuse $T_g$ :	-55,4° C
Point de fusion $T_m$ :	42,0° C
Cristallinité :	de 21 à 25 %.

La composition de cette couche axiale conductrice 110 est la suivante :

- Coupage S-SBR / BR	100 pce		
- Huile aromatique ajoutée	10 pce		
- Silice ZEOSIL 1165 MP	80 pce		
- Solution conductrice	69 pce, dont	$\text{LiClO}_4$	18 pce.
		CPG	11 pce
		Polyéther	40 pce.

Comme on peut le voir à la Fig. 6, la résistivité électrique de cette solution conductrice « SC » est comprise entre  $10^7$  et  $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ .

La Fig. 6 montre également qu'une solution conductrice qui serait uniquement constituée dudit polyéther (solution SC') ou bien dudit polyéther associé audit sel ionique (solution SC'') présenterait une résistivité électrique relativement réduite, étant comprise dans ces deux variantes entre  $10^8$  et  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ .



\* Un train n°5 de pneumatiques selon l'invention de dimensions 175/70 R14 comportant chacun une bande de roulement 101 se différenciant uniquement de celle dudit train n° 4 selon l'invention, en ce que ladite solution ionique conductrice comprend du dichlorure de zinc ( $\text{ZnCl}_2$ ) à titre de sel ionique, le polyéther et le solvant polaire étant  
5 inchangés. La composition de cette couche axiale conductrice 110 est la suivante :

	- Coupage S-SBR / BR	100 pce		
	- Huile aromatique ajoutée	10 pce		
	- Silice ZEOSIL 1165 MP	80 pce		
10	- Solution conductrice	49,75 pce,	dont $\text{ZnCl}_2$	11,5 pce
			CPG	8,25 pce
			Polyéther	30 pce.

\* Un train n°6 de pneumatiques selon l'invention de dimensions 175/70 R14  
15 comportant chacun ladite bande de roulement 1 obtenue pourvue dans sa masse desdites couches conductrices 6 de structure stratifiée, obtenues selon le procédé de l'invention (comme indiqué précédemment, cette bande de roulement est constituée d'un mélange d'environ 90 % de ladite matière isolante « MI » et d'environ 10 % d'une matière conductrice de résistivité voisine de  $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ , à base d'un coupage S-SBR / BR et comprenant 60 pce de  
20 noir de carbone « N234 ».

Ces essais d'interférences radio ont consisté à quantifier les interférences radio perçues en modulation d'amplitude, lors du roulage d'un véhicule d'essai pourvu successivement de ces trains de pneumatiques, ceci par amplification et analyse des signaux correspondants  
25 enregistrés au moyen du haut-parleur d'un récepteur radio embarqué dans le véhicule. On a mesuré la décharge électrostatique lors du passage de chaque train de pneumatiques sur un tronçon de route déterminé, par enregistrement de la variation de voltage du haut-parleur.

Ces essais ont été réalisés sous les mêmes conditions météorologiques (température:  $17^\circ \text{C}$ , taux d'humidité de l'air extérieur: 18 %, température de point de rosée de l'air  
30 extérieur:  $-7^\circ \text{C}$ ) et dans des mêmes conditions de roulage (tronçons de route comportant des plaques d'égout circulaires de même diamètre sensiblement égal à 66 cm, et vitesse de roulage

stabilisée égale à 70 km/h, c'est-à-dire définissant pour le véhicule un temps de passage sur chacune de ces plaques d'environ 34 millisecondes).

De plus, on a utilisé, pour le récepteur radio embarqué sur le véhicule d'essai, une fréquence de 1386 kHz correspondant à une modulation d'amplitude, avec une même amplification du signal issu du récepteur radio pour tous les essais.

Les résultats exposés ci-dessous prennent en compte la moyenne de cinq roulages sur lesdites plaques. Ils illustrent les niveaux de bruit dus aux interférences radio lors de ces cinq passages, et ils sont donnés par rapport à une base 100 de référence correspondant à la moyenne des roulages dudit train n°1 de pneumatiques témoin. Des résultats inférieurs à 100 témoignent donc de niveaux de bruit plus modérés à l'intérieur du véhicule, c'est-à-dire d'interférences radio plus faibles.

Train n°1 témoin	100
Train n°2 témoin	45
Train n°3 témoin	8
<b>Train n°4 selon l'invention</b>	<b>24</b>
<b>Train n°5 selon l'invention</b>	<b>25</b>
<b>Train n°6 selon l'invention</b>	<b>3</b>

Ces résultats montrent qu'une bande de roulement 101 selon l'invention comportant une couche axiale conductrice 110 comprenant une solution ionique à base dudit polyéther de haute masse moléculaire et d'un sel ionique d'un métal monovalent ou divalent (trains n°4 et n°5 selon l'invention avec les sels de Li et de Zn, respectivement) permet de réduire substantiellement le niveau sonore des interférences radio, par rapport au niveau obtenu avec une couche axiale conductrice 110 comprenant du noir de carbone (train n°2 témoin).

De plus, une bande de roulement 1 selon l'invention comportant lesdites couches conductrices 6 de structure stratifiée (train n°6 selon l'invention) permet de réduire encore plus le niveau de ces interférences radio, même par rapport au niveau obtenu avec une bande de roulement comportant des ailes latérales 114, 115 en plus de la couche conductrice 110 (train n°3 témoin).



On notera que le niveau des interférences obtenues avec ce train n°6 selon l'invention est très proche de celui qui caractérise les pneumatiques à bande de roulement conductrice (comprenant majoritairement du noir de carbone à titre de charge renforçante).

5 Les enseignements des Figs. 7 et 8 corroborent ces résultats d'interférences.

En effet, la Fig. 7 illustre des mesures de décharge électrostatique d'éprouvettes constituées de compositions de caoutchouc sensiblement du type de celles utilisées dans les bandes de roulement témoin et selon l'invention précitées.

10 Une première éprouvette témoin E1 est constituée d'une composition de caoutchouc isolante, telle que celle utilisée pour les bandes de roulement dudit train n°1 témoin.

Une seconde éprouvette E2 est constituée de la composition isolante de E1 additionnée dudit polyéther de dénomination « ZNS 8100 », ce dernier étant présent dans l'éprouvette E2 selon une fraction massique de 14 %.

15 Une troisième éprouvette E3 est constituée d'une composition de caoutchouc du type de celle utilisée pour la solution ionique conductrice des bandes de roulement dudit train n°4 selon l'invention, la fraction massique dans l'éprouvette E3 du polyéther « ZNS 8100 » étant de 13 % et celle du sel  $\text{LiClO}_4$  étant de 6 %.

20 Une quatrième éprouvette E4 est constituée d'une composition de caoutchouc correspondant à ladite composition isolante E1 à laquelle on a ajouté un noir de carbone électriquement conducteur, commercialisé par la société AKZO sous la dénomination « Ketjen ». La résistivité électrique de cette éprouvette E4 est comprise entre  $10^2$  et  $10^3 \Omega \cdot \text{cm}$  (voir mélange conducteur « MC », Fig. 6).

25 On a placé chaque éprouvette en butée entre deux disques métalliques, puis on a mesuré indirectement la charge prise par ladite éprouvette lorsqu'on retire l'un de ces disques à une vitesse variable, par une mesure de différence de potentiel U (la quantité de charge Q de l'éprouvette étant reliée à sa capacité C à accumuler de l'électricité statique par la relation  $Q = C \cdot U$ ).

Les résultats de différence de potentiel obtenus en fonction du temps et de la vitesse de retrait dudit disque (Fig. 7) montrent que la seconde éprouvette E2 comprenant ledit polyéther accumule moins d'électricité statique que la première éprouvette témoin E1 isolante. Cependant, à des vitesses d'arrachement élevées (500 mm/s), on note que la quantité de charge de l'éprouvette E2 est relativement élevée (différence de potentiel d'environ -1500 volts), ce qui représente une potentialité de décharges électrostatiques significatives vis-à-vis de l'électronique embarquée, par exemple des interférences radio.

A la différence de l'éprouvette E2, l'éprouvette E3 comprenant ladite solution ionique conductrice accumule, à cette même vitesse d'arrachement de 500 mm/s, une quantité de charge très faible (10 fois moindre environ par rapport à l'éprouvette E2), ce qui représente une potentialité de décharges électrostatiques négligeables vis-à-vis de l'électronique embarquée.

Bien entendu, l'éprouvette E4 apparaît la plus conductrice de l'électricité, mais on note une faible accumulation de charge à vitesse d'arrachement élevée.

La Fig. 8 est représentative des temps de décharge électrostatique des différentes éprouvettes précitées (toujours par mesure de la différence de potentiel U), dans la continuité des mesures correspondant à la Fig. 7.

Ces résultats montrent que l'éprouvette témoin E1 (isolante) se décharge pratiquement au bout d'un temps excédant la minute, alors que les autres éprouvettes E2, E3 et E4 se déchargent pratiquement en moins d'une demi seconde, en dépit de leurs capacités différentes à se charger. Ces résultats traduisent le fait que ces éprouvettes E2, E3 et E4 induiraient une évacuation totale de la charge électrostatique lors du passage d'un véhicule sur une plaque ou un joint métallique, véhicule dont les pneumatiques comporteraient une bande de roulement à base d'une de ces éprouvettes.

D'où la nécessité de rechercher un compromis entre les propriétés de quantité de charge accumulée par la bande de roulement et de vitesse de décharge électrostatique.



On peut déduire des résultats des Figs. 7 et 8 que la seule présence d'un polyéther tel que celui précité est suffisante pour conférer à la composition de caoutchouc l'incorporant un temps de décharge très bref, ce qui permet d'éliminer la plus grande partie de la charge électrostatique accumulée par un pneumatique dont la bande de roulement 101 comprend cette composition, lors d'un roulage sur une plaque ou un joint métallique. Plus la charge est accumulée en quantité importante, plus elle sera dommageable lors d'une décharge rapide. Il est de ce fait nécessaire d'adjoindre à cette composition un sel métallique solvaté tel que le sel ionique précité, pour éviter une accumulation de charge trop importante dans la bande de roulement et donc les interférences avec l'électronique embarquée.

On notera par ailleurs que les bandes de roulement 1, 101 selon l'invention (incorporant une couche axiale conductrice 110 comprenant ladite solution ionique ou bien incorporant les couches conductrices 6 de structure stratifiée) confèrent aux pneumatiques les incorporant une résistance au roulement réduite qui est tout à fait analogue à celle obtenue avec une bande de roulement isolante conventionnelle, telle que celle dudit train n°1 témoin.

## REVENDICATIONS

1) Profilé extrudé à base d'une composition de caoutchouc réticulable, ledit profilé étant destiné à constituer à l'état réticulé une bande de roulement (1) pour pneumatique et étant délimité en largeur par deux faces latérales (4 et 5) reliant entre elles des faces radialement interne et externe (2 et 3) pour ladite bande de roulement (1), des moyens conducteurs (6) étant prévus dans ledit profilé pour relier électriquement ladite face interne (2) à ladite face externe (3) entre lesdites faces latérales (4 et 5) et sur la longueur dudit profilé, le reste dudit profilé étant à base d'une matière électriquement isolante, caractérisé en ce que lesdits moyens conducteurs (6) présentent, sur une section transversale dudit profilé, une structure stratifiée comportant des couches électriquement conductrices qui sont sensiblement concentriques et qui présentent une courbure en direction de l'une au moins desdites faces interne et externe (2 et 3), l'une au moins desdites couches affleurant à la surface de ladite face externe (3).

2) Profilé extrudé selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdites couches électriquement conductrices (6) décrivent, sur une section transversale dudit profilé, une pluralité de révolutions sensiblement autour de l'axe longitudinal de symétrie (X'X) dudit profilé.

3) Profilé extrudé selon la revendication 2, caractérisé en ce que lesdites couches électriquement conductrices (6) sont globalement enroulées en spirale autour dudit axe longitudinal (X'X), lesdites couches (6) présentant sensiblement, sur une section transversale dudit profilé, une forme d'arc d'ellipse aplatie dont le grand axe correspond à la direction transversale dudit profilé.

4) Profilé extrudé selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que lesdites couches électriquement conductrices (6) présentent, sur la longueur dudit profilé, une forme de filetage comportant une pluralité de filets hélicoïdaux ( $F_j$  ( $j = 1$  à  $m$ )) qui sont centrés sur ledit axe (X'X).



5) Profilé extrudé selon la revendication 4, caractérisé en ce que ledit filetage comporte, sur la longueur dudit profilé, une succession de tronçons identiques ( $T_i$  ( $i = 1$  à  $n$ )) qui sont chacun constitués d'une pluralité de filets coniques ( $F_j$  ( $j = 1$  à  $m$ )) s'inscrivant sur des troncs de cône sensiblement parallèles entre eux qui sont centrés sur ledit axe ( $X'X$ ).

6) Profilé extrudé selon la revendication 5, caractérisé en ce que chaque filet conique ( $F_j$ ) de chacun desdits tronçons ( $T_i$ ) s'inscrit sur un tronc de cône qui converge vers l'intérieur du tronc de cône sur lequel s'inscrit le même filet conique ( $F_j$ ) d'un tronçon immédiatement consécutif ( $T_{i+1}$ ).

7) Profilé extrudé selon une des revendications 2 à 6, caractérisé en ce que lesdites couches électriquement conductrices (6) décrivent, sur une section transversale dudit profilé, un nombre de révolutions sensiblement compris entre 30 et 70.

8) Profilé extrudé selon la revendication 7, caractérisé en ce que lesdites couches électriquement conductrices (6) présentent chacune une épaisseur sensiblement comprise entre 0,05 et 0,15 mm.

9) Profilé extrudé selon une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'une au moins desdites couches électriquement conductrices (6) affleure à la surface de l'une ou de chaque face latérale (4, 5) dudit profilé.

10) Profilé extrudé selon une des revendications précédentes, caractérisé en ce que lesdits moyens conducteurs (6) comportent en outre un film conducteur (114) à l'emplacement de l'une ou de chaque face latérale (4, 5) dudit profilé.

11) Profilé extrudé selon une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que lesdits moyens conducteurs (6) sont constitués d'une composition de caoutchouc comprenant du noir de carbone à titre de charge renforçante et présentant une résistivité électrique inférieure à  $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ .



12) Profilé extrudé selon une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que lesdits moyens conducteurs (6) sont constitués d'une composition de caoutchouc à base d'au moins un élastomère diénique comprenant une charge inorganique renforçante à titre de charge renforçante et une solution ionique conductrice comprenant :

- 5 - un polyéther qui est un copolymère d'oxyéthylène et d'oxypropylène comprenant des unités oxyéthylène à titre majoritaire, de préférence selon une quantité allant de 20 à 50 pce (pce : parties en poids pour 100 parties d'élastomère(s)),
- un sel ionique d'un métal monovalent ou divalent, tel que le perchlorate de lithium ou le dichlorure de zinc, de préférence selon une quantité allant de 5 à 30 pce, et
- 10 - un solvant polaire, tel que le carbonate de polypropylène glycol, de préférence selon une quantité allant de 5 à 15 pce.

13) Profilé extrudé selon la revendication 12, caractérisé en ce que ledit polyéther présente une viscosité inhérente, mesurée à 25° C dans le toluène, qui est supérieure à 4 dl/g.

14) Procédé d'obtention d'un profilé extrudé selon une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il consiste :

- à introduire, d'une part, ladite matière électriquement isolante de bande de roulement (1) dans une entrée (9) d'une extrudeuse principale (8) débouchant d'une manière coaxiale sur une tête d'extrusion (11) et, d'autre part, ladite matière électriquement conductrice destinée à constituer lesdits moyens conducteurs de structure stratifiée (6) dans une entrée (13) d'au moins une extrudeuse satellite (12) débouchant radialement en amont de ladite tête d'extrusion (11) à l'intérieur de ladite extrudeuse principale (8),

- à acheminer ladite matière isolante et ladite matière conductrice à l'intérieur desdites extrudeuses (8 et 12),

- à réaliser, à l'intérieur de ladite extrudeuse principale (8) et en amont de ladite tête d'extrusion (11), un mélange uniformément réparti de ladite matière isolante et de ladite matière conductrice, la fraction massique de ladite matière isolante étant égale ou supérieure à 80 % et celle de ladite matière conductrice étant inférieure ou égale à 20 % dans ledit mélange, et



- à faire passer ledit mélange dans un canal (22) de ladite tête d'extrusion (11) pour obtenir, en sortie d'un orifice d'extrusion (23) de ladite tête (11), ledit profilé extrudé et réticulable de bande de roulement (1).

5 15) Procédé d'obtention d'un profilé extrudé selon la revendication 14, caractérisé en ce que la température à l'intérieur de chaque extrudeuse (8, 12) est comprise entre 70 et 90° C.

16) Procédé d'obtention d'un profilé extrudé selon la revendication 14 ou 15, caractérisé en ce que la pression absolue à l'intérieur de ladite tête d'extrusion (11) est  
10 comprise entre 20 et 30 bars.

17) Bande de roulement (1) réticulable ou réticulée pour pneumatique, caractérisée en ce qu'elle est constituée d'un profilé extrudé selon une des revendications 1 à 13.

15 18) Pneumatique, caractérisé en ce qu'il comporte une bande de roulement (1) réticulée selon la revendication 17.

19) Bande de roulement (101) réticulable ou réticulée pour pneumatique, délimitée latéralement par deux faces latérales (104 et 105) reliant des faces radialement interne et  
20 externe (102 et 103) entre elles, ladite bande de roulement (101) étant à base d'une matière électriquement isolante et comportant sur sa circonférence au moins une couche axiale conductrice (110) qui relie sensiblement lesdites faces latérales (104 et 105) entre elles et qui présente une résistivité inférieure à celle de ladite matière isolante, laquelle est radialement prévue des deux côtés (111 et 112) de ladite couche (110) dans ladite bande de roulement  
25 (101), caractérisée en ce que ladite couche conductrice (110) est constituée d'une composition de caoutchouc à base d'au moins un élastomère diénique comprenant une charge inorganique renforçante à titre de charge renforçante et une solution ionique conductrice comprenant :

- un polyéther qui est un copolymère d'oxyéthylène et d'oxypropylène comprenant des unités oxyéthylène à titre majoritaire, de préférence selon une quantité allant de  
30 20 à 50 pce (pce : parties en poids pour 100 parties d'élastomère(s)),

- un sel ionique d'un métal monovalent ou divalent, tel que le perchlorate de lithium ou le dichlorure de zinc, de préférence selon une quantité allant de 5 à 30 pce, et
- un solvant polaire, tel que le carbonate de polypropylène glycol, de préférence selon une quantité allant de 5 à 15 pce.

5

20) Bande de roulement (101) selon la revendication 19, caractérisée en ce que ledit polyéther présente une viscosité inhérente, mesurée à 25° C dans le toluène, qui est supérieure à 4 dl/g.

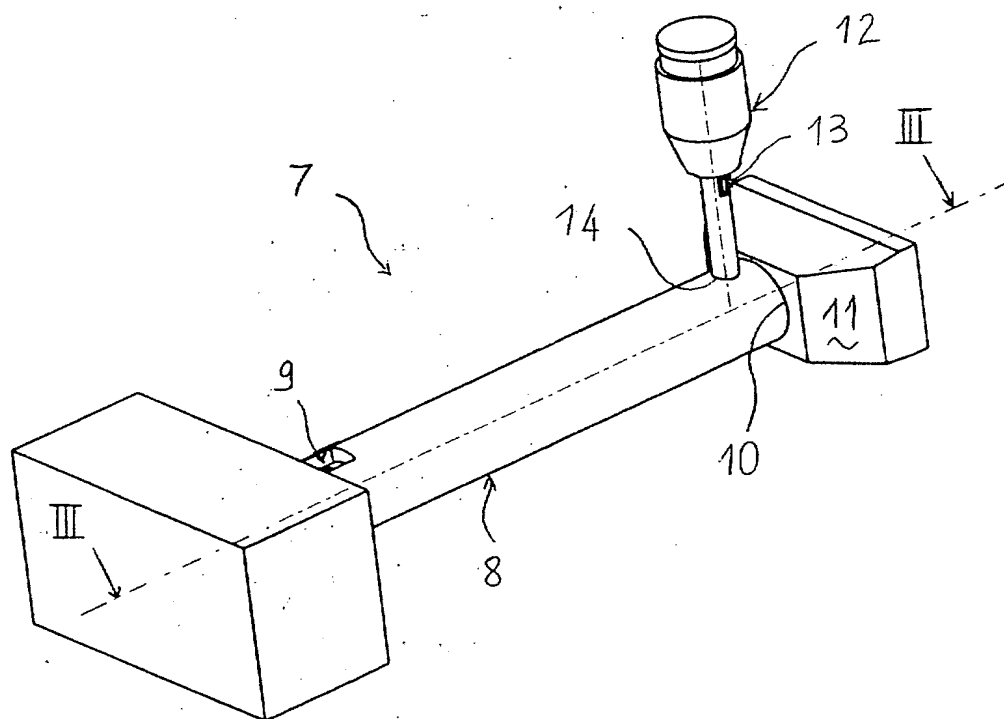
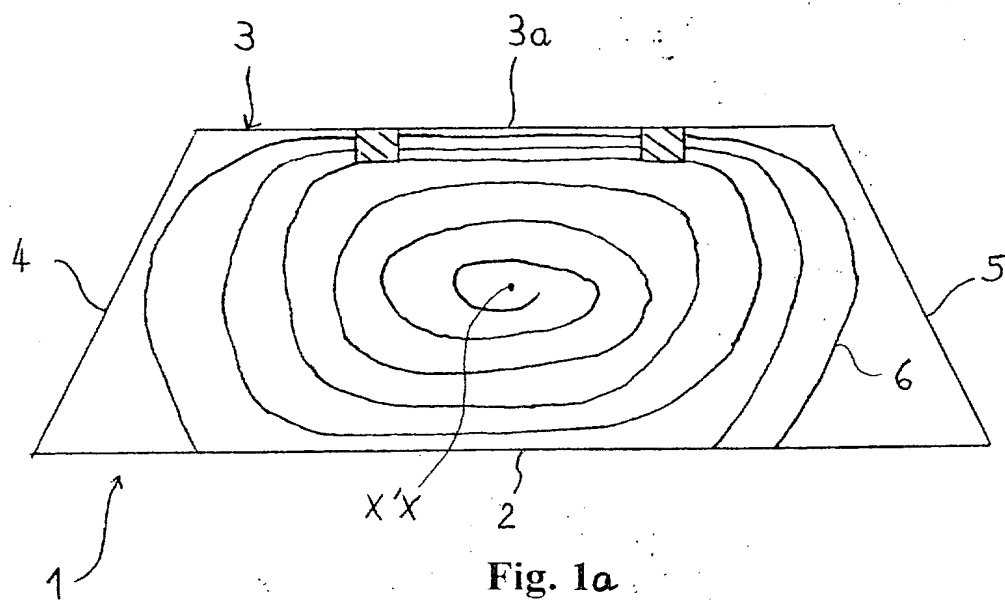
10

21) Bande de roulement (101) la revendication 19 ou 20, caractérisée en ce qu'elle comporte un film conducteur (114) à l'emplacement de l'une ou de chaque face latérale (104, 105), qui relie électriquement lesdites faces interne et externe (102 et 103) entre elles.

15

22) Pneumatique, caractérisé en ce qu'il comporte une bande de roulement (101) réticulée selon la revendication 21.

Pl. 1/8



Pl. 2/8

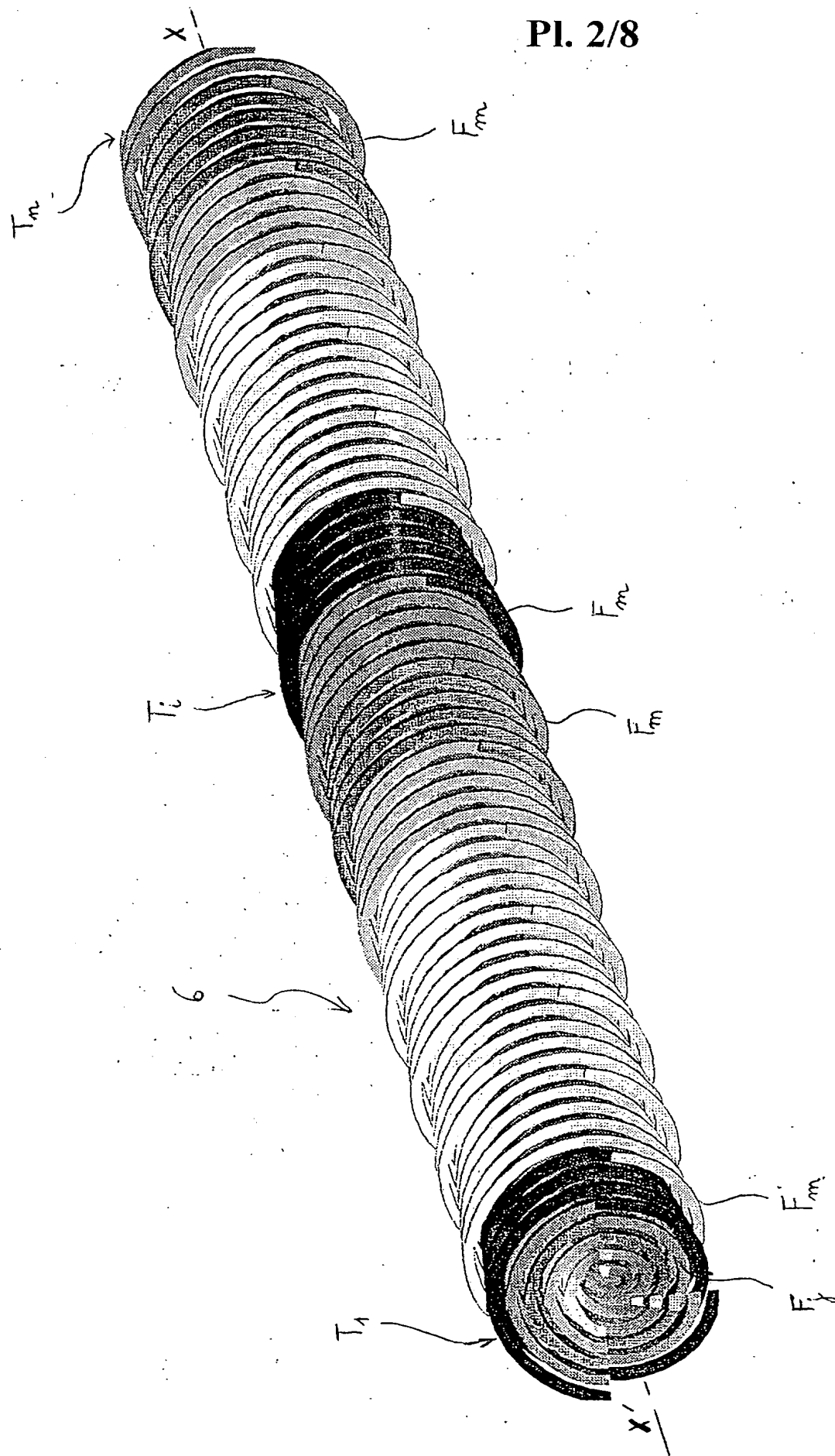


Fig. 1b

Pl. 3/8

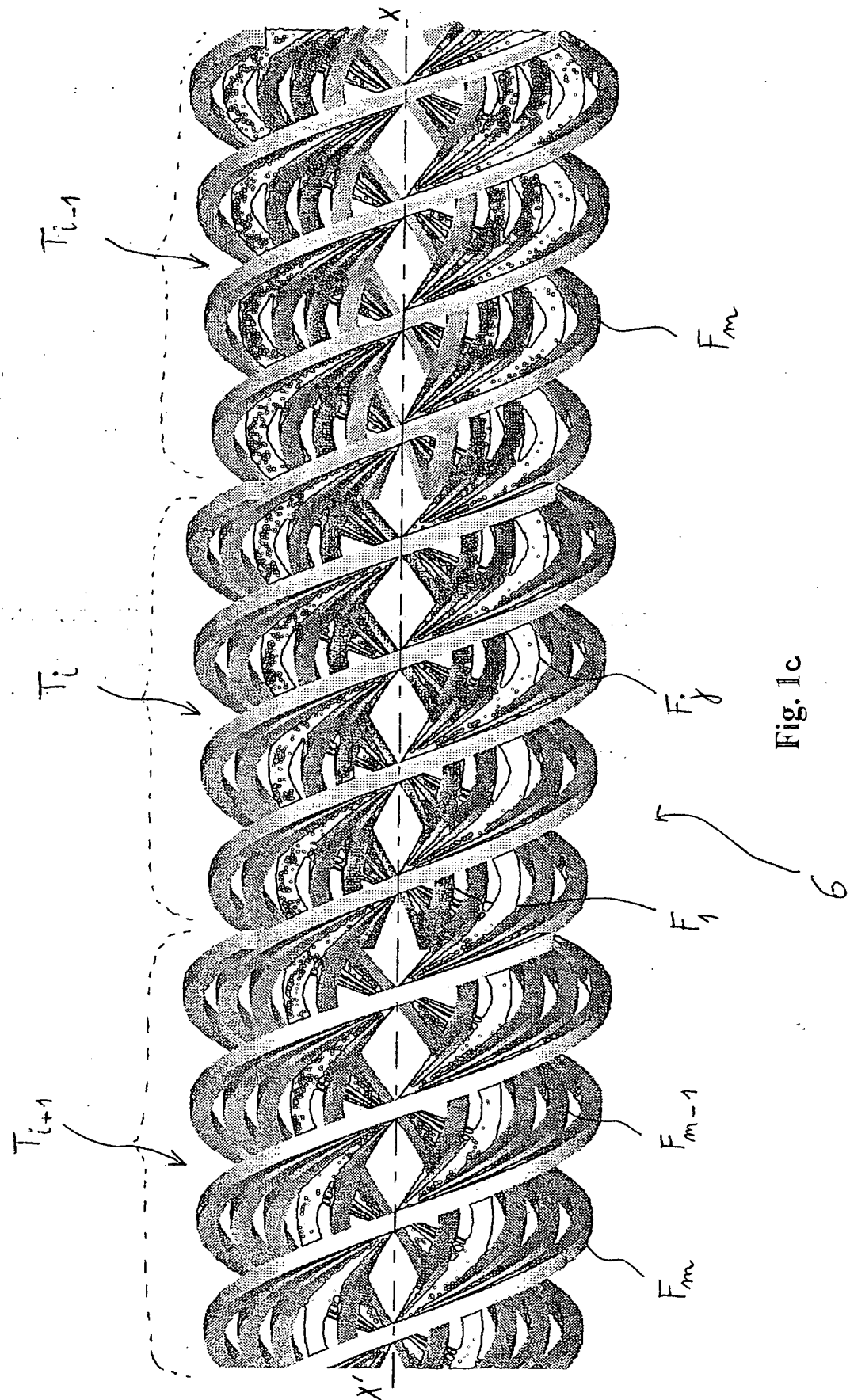


Fig. 1c

Pl. 4/8

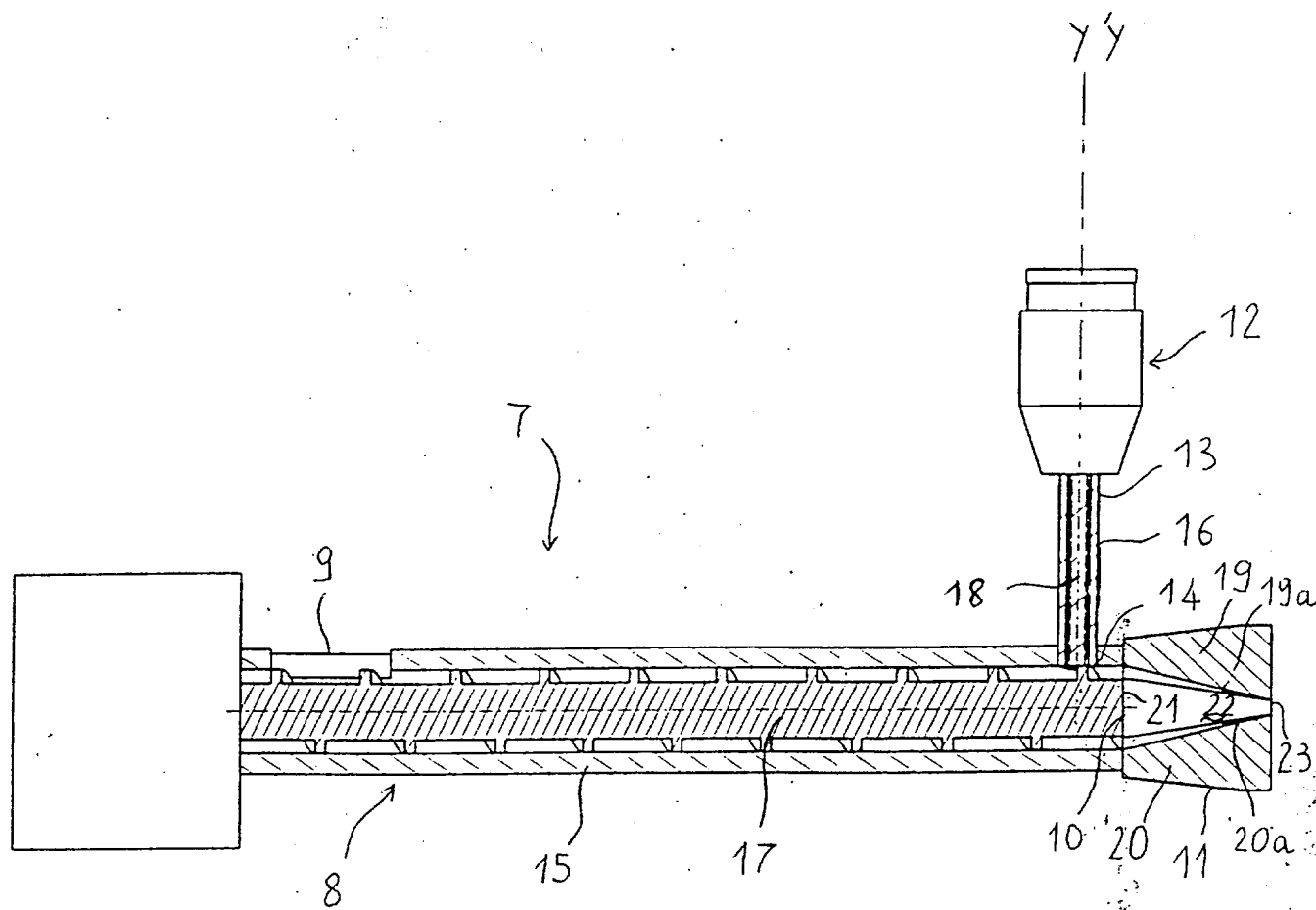


Fig. 3

Pl. 5/8

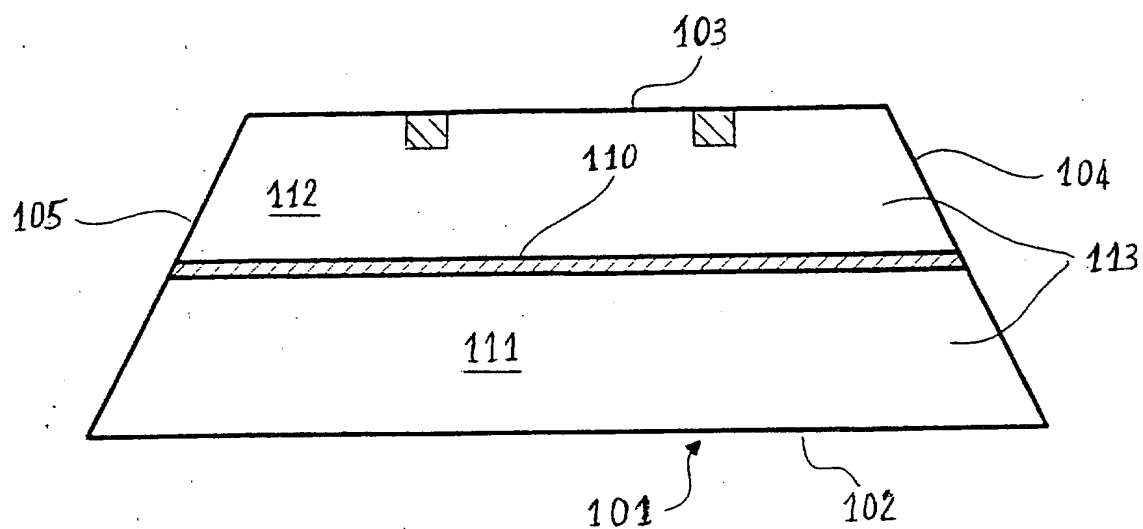


Fig. 4

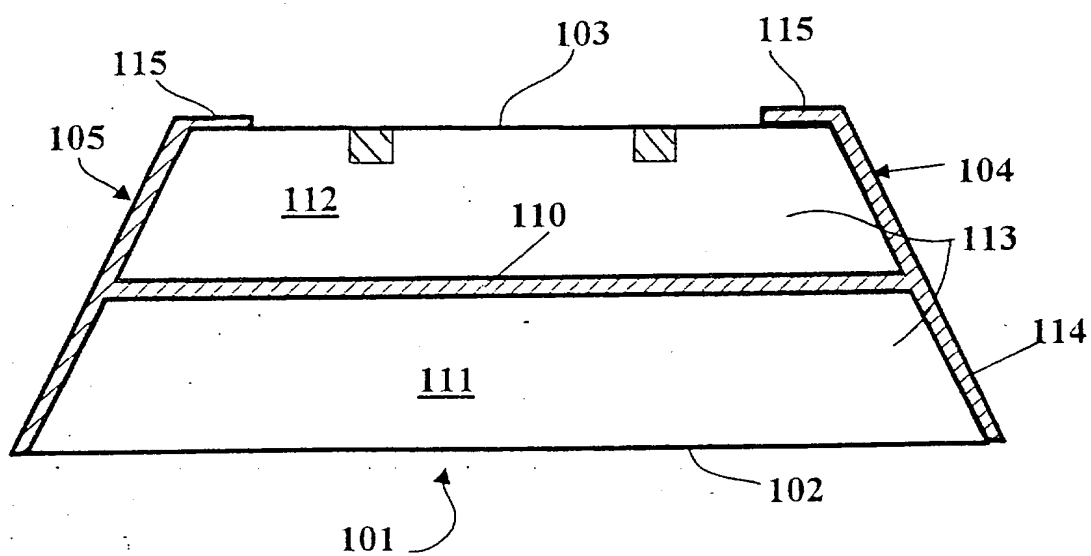


Fig. 5



Pl. 6/8

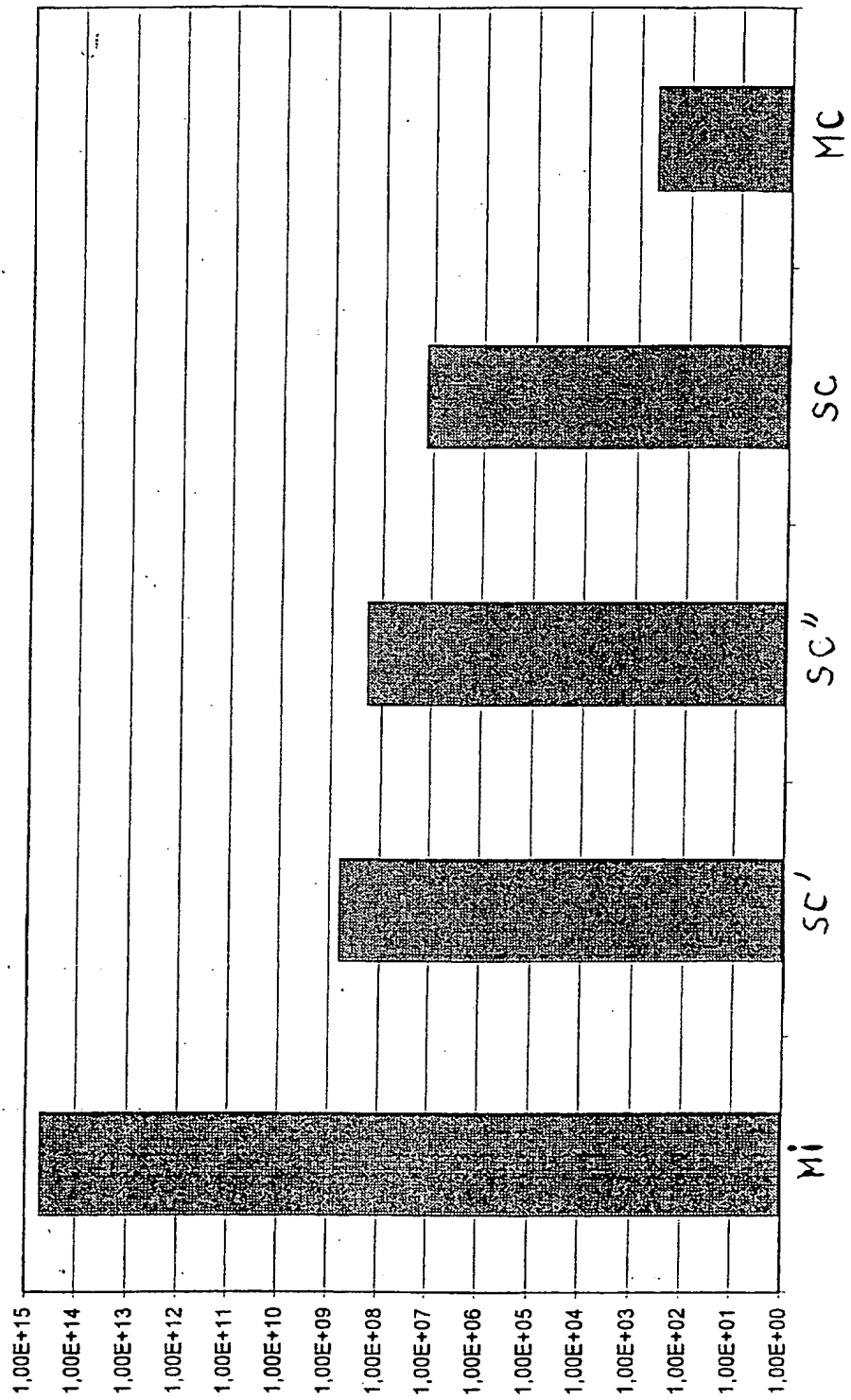


Fig. 6

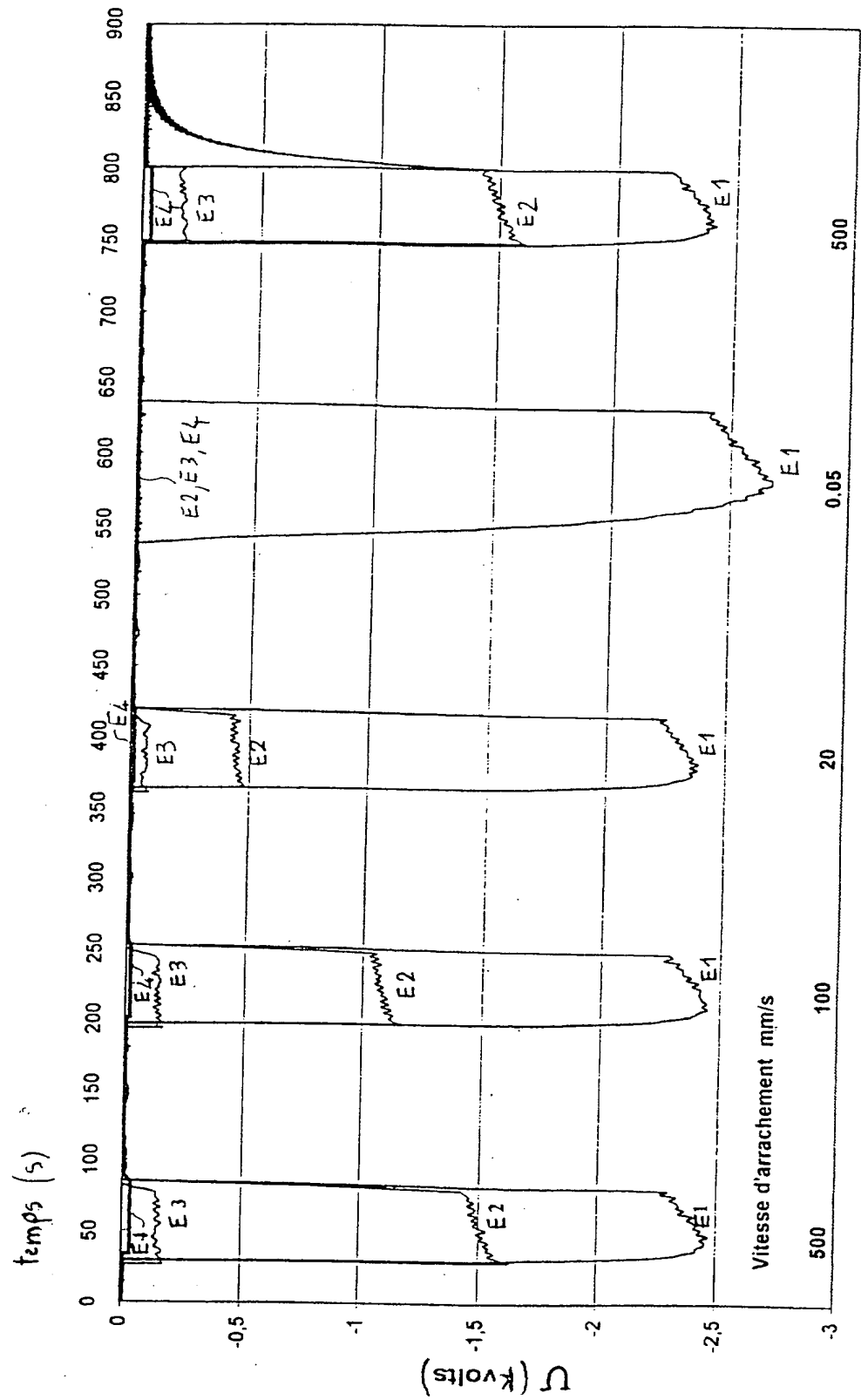


Fig. 7

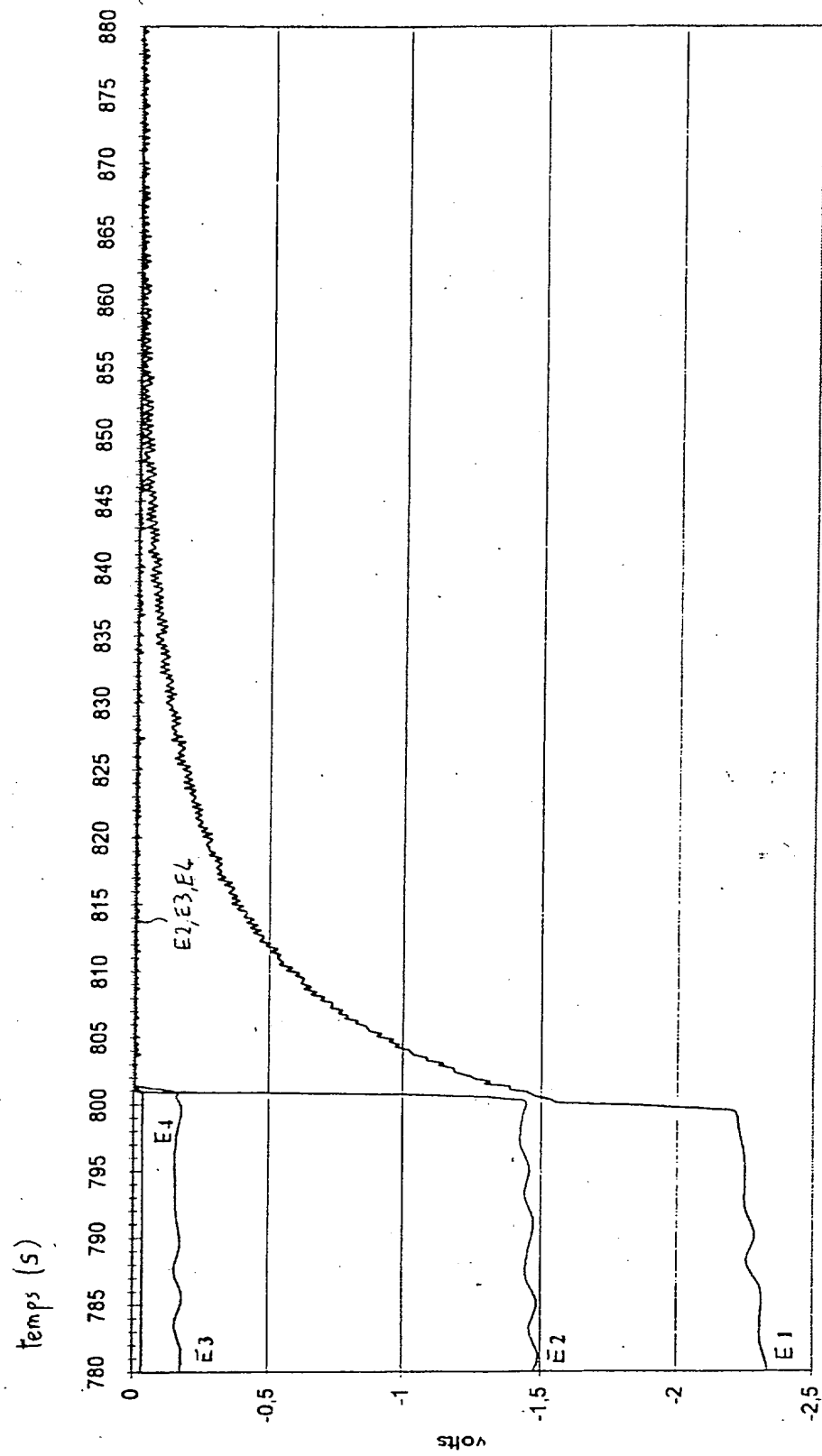


Fig. 8

BURNS, DOANE, SWECKER & MATHIS, LLP  
Attorney Dkt 033818-047  
Philippe LAMOINE et al.  
FRANCE Document No. 01/10215  
U.S. File: January 26, 2004  
PRIORITY 1 of 1

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**